

**DYE FIXING AGENT FOR DIRECT DYE**

**Patent number:** JP2080681  
**Publication date:** 1990-03-20  
**Inventor:** HARADA TORU; UEDA TOSHIO  
**Applicant:** NITTO BOSEKI CO LTD  
**Classification:**  
**- international:** C09J139/02; D06P5/08  
**- european:**  
**Application number:** JP19880230097 19880916  
**Priority number(s):** JP19880230097 19880916

**Report a data error here**

**Abstract of JP2080681**

**PURPOSE:**To obtain the title fixing agent improving fastness to wetting without lowering fastness to light and fastness to chlorine by treating a material colored with direct dye with the agent, comprising a polymer or copolymer of monoallylamine derivative. **CONSTITUTION:**A fixing agent comprises a polymer of a monoallylamine derivative shown by the formula (R is H, 1-18C alkyl, aralkyl or cycloalkyl) or a salt thereof, such as N-methylallylamine polymer or a copolymer such as monoallylamine/N-methylallylamine copolymer of the monoallylamine derivative and an unsaturated double bond-containing monomer copolymerizable with the monoallylamine derivative. A material colored with direct dye is immersed in a treating bath containing 0.1-5g/l based on the dyed material of the fixing agent and treated at room temperature - 80 deg.C for 5-20 minutes.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-80681

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>D 06 P 5/08  
C 09 J 139/02

識別記号

JDF A

庁内整理番号

7537-4H  
7311-4J

⑭ 公開 平成2年(1990)3月20日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 直接染料用染料固着剤

⑯ 特 願 昭63-230097

⑰ 出 願 昭63(1988)9月16日

⑱ 発 明 者 原 田 亨 東京都杉並区高円寺南5丁目9番4号

⑲ 発 明 者 上 田 敏 夫 埼玉県上尾市瓦葺1993-3

⑳ 出 願 人 日東紡績株式会社 福島県福島市郷野目字東1番地

㉑ 代 理 人 弁理士 飯田 房雄

## 明 細 書

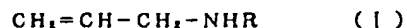
## 1. 発明の名称

直接染料用染料固着剤

## 2. 特許請求の範囲

1. 直接染料で染色した染色物の染色堅牢度向上用染料固着剤であって、該固着剤が

(1)一般式



(式中Rは水素又は炭素数1~18のアルキル基、置換アルキル基、アラルキル基、シクロアルキル基を表わす)

で示されるモノアリルアミン誘導体又はその塩の重合体、又は

(2)上記モノアリルアミン誘導体又はその塩と、それ等と共重合可能な不飽和二重結合を持つモノマーとの共重合体であることを特徴とする直接染料用染料固着剤

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は直接染料の染料固着剤に関する。さら

に詳しくは、直接染料で染色した染色物の堅牢度を向上させる、改良された染料固着剤に関する。

〔従来技術〕

直接染料は木綿、麻などのセルロース繊維、セルロース繊維と合成繊維との混紡交織品、紙、木材、皮革等の染色に多用されている。これは(1)直接染料による染色操作が簡便で使い易い、(2)コストが比較的低廉で経済的である。(3)ポリエステル、アクリル繊維などに対して汚染性がない、(4)色数がきわめて多い、(5)脱色が比較的簡単で染め直しのきくものが多い、などの特徴があるためと考えられる。

一方直接染料の堅牢度については従来から問題があった。特に湿潤堅牢度(洗濯堅牢度、水堅牢度等)に関しては、該染料がほとんど例外なくスルホン酸基を有し水に易溶性であるところから良好でない。これに対する対策として一般には、染色後に染色物をポリアミン系の染料固着剤、すなわちジシアングリアミドとポリエチレンポリアミンとの縮合物で処理することが行われており、ある

程度の効果をあげている。しかしこのタイプの染料固着剤で処理すると他の堅牢度、例えば耐塩素堅牢度、耐光堅牢度が、未処理の場合にくらべてかえって低下するという問題が生じている。

他方直接染料自体を改良することにより堅牢度を向上させる努力も続けられており、最近では湿潤堅牢度や耐光堅牢度が相当程度改良された製品も上市されてきている。しかしながら湿潤堅牢度に関しては未だ十分とは云えず、染料固着剤の使用による堅牢度の向上は現状では必須である。

したがって直接染料で染色した染色物の湿潤堅牢度を向上させながら、耐光堅牢度や塩素堅牢度を低下させない、望むべくは向上させるような染料固着剤の開発が要望されていた。

〔発明が解決しようとする課題〕

かかる現状に鑑みて本発明は直接染料で染色した染色物の湿潤堅牢度を向上させつつ、塩素堅牢度を向上させ、耐光堅牢度の低下を招かないような染料固着剤の開発を目的とする。

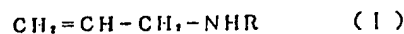
〔課題を解決するための手段〕

基、置換アルキル基、アラルキル基、シクロアルキル基を表わす)

で表されるモノアリルアミン誘導体又はその塩の重合体を例示すれば、

アリルアミン重合体、アリルアミン塩酸塩重合体、アリルアミン硫酸塩重合体、アリルアミンリン酸塩重合体、N-メチルアリルアミン重合体(以下対応する塩の重合体を省略)、N-エチルアリルアミン重合体、N-n-プロピルアリルアミン重合体、N-iso-プロピルアリルアミン重合体、N-n-ブチルアリルアミン重合体、N-sec-ブチルアリルアミン重合体、N-tert-ブチルアリルアミン重合体、N-iso-ブチルアリルアミン重合体、N-オクチルアリルアミン重合体、N-セチルアリルアミン重合体、N-ステアシルアリルアミン重合体、N-ヒドロキシエチルアリルアミン重合体、N-ベンジルアリルアミン重合体、N-シクロペンチルアリルアミン重合体、N-シクロヘキシルアリルアミン重合体等を挙げることができる。

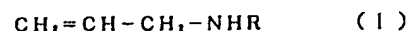
上述の目的を達成するため本発明者等が鋭意研究を行った結果、一般式



(式中Rは水素又は炭素数1~18のアルキル基、置換アルキル、アラルキル基、シクロアルキル基を表わす)

で示されるモノアリルアミン誘導体若しくはその塩の重合体、又は該モノアリルアミン誘導体若しくはその塩と、それ等と共重合可能な不飽和二重結合を持つモノマーとの共重合体で直接染料で染色した染色物を処理することで、湿潤堅牢度や塩素堅牢度を向上させ、かつ耐光堅牢度を低下させないことを発見したことに基いて本発明を完成させた。すなわち本発明は直接染料で染色した染色物の染色堅牢度向上用染料固着剤であって、該固着剤が上記重合体又は共重合体であることを特徴とする直接染料用染料固着剤に関するものである。

本発明に用いられる一般式



(式中Rは水素又は炭素数1~18のアルキル

又本発明で用いる一般式(1)で表されるモノアリルアミン誘導体若しくはその塩と、それ等と共重合可能な不飽和二重結合を有するモノマーとの共重合体の例としては、

1) アリルアミン/N-メチルアリルアミン共重合体、該共重合体の塩酸塩、リン酸塩、硫酸塩(以下対応する塩型タイプのものの記載を省略する)、アリルアミン/N-エチルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-n-プロピルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-iso-プロピルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-n-ブチルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-sec-ブチルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-tert-ブチルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-iso-ブチルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-シクロヘキシルアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-ジアリルアミン共重合体、アリルアミン/N-メチルジアリルアミン共重合体、アリルア

ミン／N－エチルジアリルアミン共重合体、アリルアミン／N－プロピルジアリルアミン共重合体、アリルアミン／N－ブチルジアリルアミン共重合体、アリルアミン／N－ペンシルジアリルアミン共重合体、アリルアミン／ジメチルジアリルアンモニウムクロライド共重合体、アリルアミン／ジエチルジアリルアンモニウムクロライド共重合体、アリルアミン／メチルペンシルアンモニウムクロライド共重合体

2) 上記 1) におけるアリルアミンの代りにN－メチル<sup>アリル</sup>アミンを用いたもの（ただしアリルアミン／N－メチルアリルアミンの場合を除く）

3) 同様に 1) におけるアリルアミンの代りにそれぞれN－エチルアリルアミン、N－n－プロピルアリルアミン、N－iso－プロピルアリルアミン、N－n－ブチルアリルアミン、N－sec－ブチルアリルアミン、N－tert－ブチルアリルアミン、N－iso－ブチルアリ

ルアミン、N－オクチルアリルアミン、N－セチルアリルアミン、N－ステアリルアリルアミン、N－ヒドロオキシエチルアリルアミン、N－ベンジルアリルアミン、N－シクロペンチルアリルアミン、N－シクロヘキシルアリルアミンを用いたもの等を挙げることができる。

本発明に用いられる重合体又は共重合体は塩型のものでよく、また塩型の一部又は全部がフリーアミン型となったものでもよい。

塩型の重合体又は共重合体は、対応する一又は二以上のモノマーの鉱酸塩を、水又は極性溶媒中で、過硫酸アンモニウム、過酸化ベンゾイル、tert－ブチルハイドロパーオキシド、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビス(2－アジジノプロパン)塩酸塩等のラジカル重合開始剤で重合させることにより得ることができる。また生成ポリマーにカセイソーダ、カセイアルカリなどのアルカリを添加すれば、添加アルカリに対応する鉱酸が中和されはずれるので、一部又は全部がフリーアミ

ン型の重合体又は共重合体を得ることができる。

本発明に係る前記重合体又は共重合体を用いて染色物を処理する方法としては特に限定がなく、従来公知の方法を適宜使用できる。例えば、該重合体又は共重合体の濃度 0.1 g/l ～ 5 g/l の水溶液中に、処理すべき染色物を所定時間浸漬した後、水洗して乾燥すればよい。浴比は通常、1:10 ～ 20 であり、処理温度は通常室温 ～ 80℃であり、また処理時間は通常 5 ～ 20 分である。

本発明をより一層明らかにするために、本発明の染料固着剤である重合体又は共重合体の製造例を参考例として示し、次いで本発明の固着剤による染色物の処理、およびその結果についての実施例を示す。なお実施例は代表例であり本発明は実施例に限定されるものではない。

#### 参考例 1

モノアリルアミン 1 モルに 35% 塩酸 1 モルを加えて、濃度 59.1% のモノアリルアミン塩酸塩を得た。これをロータリーエバポレーターで濃度 66.7% にまで濃縮した。

このモノマー水溶液 50 g を 60℃ に加温してから、アゾビス(2－アジジノプロパン)塩酸塩を、モノマーに対し 2.5 重量% 加え、48 時間重合させた。重合終了後、重合液をメタノールに沈殿させ、濾過後、減圧下に乾燥させて白色のモノアリルアミン塩酸塩重合体を得た。重合率は 97% であった。

#### 参考例 2

参考例 1 で得たモノアリルアミン塩酸塩重合体 10 g に、水 20 g を加えて溶解し、これに水酸化ナトリウムの 20% 水溶液 22 g を加えた。この溶液を中空繊維を用いて、水に対して 24 時間透析することにより、副生した食塩を除去した後に、凍結乾燥することにより、モノアリルアミン重合体を得た。

#### 参考例 3

N－iso－プロピルアリルアミン 1 モルに、35% 塩酸 1 モルを加え、N－iso－プロピルアリルアミン塩酸塩の 66.7% 水溶液を得た。この溶液 20 g を 60℃ に加温してから、アゾビス(2－

アミジノプロパン)塩酸塩をモノマーに対し2.5重量%加え、48時間重合させた。重合終了後、この溶液をアセトンに沈殿させた後、濾過、減圧乾燥させることにより、N-iso-プロピルアリルアミン塩酸塩重合体を得た。重合率は94%であった。

#### 参考例4

アリルアミン塩酸塩の66.7%水溶液14gと、N-iso-プロピルアリルアミン塩酸塩の66.7%水溶液20gとを混合した溶液を、60℃に加温してから、触媒としてアゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩を両モノマーに対し2.5%加え、48時間重合させた。重合終了後、この溶液を参考例3と同様の方法で処理し、白色のモノアリルアミン塩酸塩/N-iso-プロピルアリルアミン塩酸塩共重合体を得た。重合率は94%であった。

#### 参考例5

ジアリルアミン1モルに35%塩酸1モルを加えて、濃度66.4%のジアリルアミン塩酸塩の水溶液を得た。この溶液20gとアリルアミン塩酸

%水溶液15gを加えて得た液に、両モノマーに対し触媒としてアゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩を2.5%加え、48時間重合させた。重合終了後この溶液を参考例3と同様の方法で処理し、N-iso-プロピルアリルアミン塩酸塩/ジアリルアミン塩酸塩共重合体を得た。重合率は97%であった。

#### 実施例1

##### 洗濯堅牢度の評価

上記参考例1~7で得た夫々の重合体及び共重合体の0.1%水溶液を調製した。次いで下記直接染料を用いて2%濃度(対繊維重量)で染色した綿布を、重合体又は共重合体の水溶液に浴比1:20、温度50℃で20分間浸漬処理した後、水洗して風乾した。用いた染料はシリアスブライエローGD、シリアスブラレッド4BL、シリアスブラブルーB(バイエル社製)であった。

同様にジシアンジアミドとジエチレントリアミンの縮合物の0.1%水溶液を調製し、上と同様に処理した。これを比較例として示した。

塩の66.7%水溶液14gとを混合し、60℃に加温し、両モノマーに対し2.5重量%のアゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩を加え、48時間重合させた。反応終了後この溶液を参考例3と同様の方法で処理し、アリルアミン塩酸塩/ジアリルアミン塩酸塩共重合体を得た。収率は100%であった。

#### 参考例6

濃度59.1%のアリルアミン塩酸塩水溶液16gにジメチルジアリルアンモニウムクロライド16g、水5gを加えて溶解して得た水溶液を60℃に加温して、両モノマーに対し2.5重量%のアゾビス(2-アミジノプロパン)塩酸塩を加え重合させた。重合終了後この溶液を参考例3と同様の方法で処理し、アリルアミン塩酸塩/ジメチルジアリルアンモニウムクロライド共重合体を得た。重合率は92%であった。

#### 参考例7

N-iso-プロピルアリルアミン塩酸塩の66.7%水溶液15gに、ジアリルアミン塩酸塩の66.7

次にこの処理染色布の洗濯堅牢度をJIS-L-0844のA-2法によって評価した。結果をまとめて第1表に示す。

(以下余白)

第 1 表 洗濯堅牢度

染料固着剤	シリアススブラ イエローCD			シリアススブラ レッド4BL			シリアススブラ ブルーB		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
—	3~4	2	3~4	3	2	4	3	2	4
参考例 1	4	3	4~5	4	3	5	4	4	5
" 2	4	3~4	4	4	3	5	3~4	3~4	5
" 3	4	4	4~5	4	3	5	4	3~4	5
" 4	4	4	4	4	3	5	4	3~4	5
" 5	4	4	4	4	3	5	4	3~4	5
" 6	4	4	4	4	3	5	4	3	5
" 7	4	4	4	4	3	5	4	4	5
比較例	4	3~4	4~5	4	3	5	4	3~4	5

A 変褪色  
B 綿汚染  
C 絹汚染

## 実施例 2

## 塩素堅牢度の評価

上記参考例 1~7 で得たそれぞれの重合体、共重合体、及び比較例として用いたジシアンジアミド—ジエチレントリアミン縮合物の 0.1% 水溶液を調製した。次いで下記直接染料を用いて 2% 濃度(対繊維重量)で染色した綿布を、実施例 1 と同様な方法で処理した。用いた染料はソロフエニルブルー—3RL(チバガイギー社製)、スミライトスブラブラウンG(住友化学製)、カヤラススブラブルーFFRL(日本化薬製)である。

次にこの処理染色布の塩素堅牢度を JIS—L—0884 の塩素堅牢試験法の強試験(有効塩素 20mg/l, pH 7, 温度 27℃, 浴比 200:1, 時間 30 分)の方法で調べた。結果をまとめて第 2 表に示す。

(以下余白)

第 2 表 塩素堅牢度

染料固着剤	ソロフエニル ブルー—3RL	スミライトスブラ ブラウンG	カヤラススブラ ブルーFFRL
—	2~3	3~4	3
参考例 1	4	4~5	4
" 2	4	5	4~5
" 3	4	4	4
" 4	4	4~5	4
" 5	4	4~5	4
" 6	4	4	4
" 7	4	4~5	4
比較例	2	2	2

## 実施例 3

## 耐光堅牢度の評価

上記参考例 1~7 で得たそれぞれの重合体、共重合体及び比較例として用いたジシアンジアミド—ジエチレントリアミン縮合物の 0.1% 水溶液を調製した。次いで下記直接染料を用いて 2% 濃度(対繊維重量)で染色した綿布を、実施例 1 と同様な方法で処理した。用いた染料はスミライドスブライエローBC、スミライトスブラレッド4BL、スミライトスブラブルーFGL(住友化学社製)である。

次にこの処理染色布の耐光堅牢度を JIS—L—0842 の方法でフェードメーターを用いて 20 時間照射して調べた。

結果を第 3 表に示す。

(以下余白)

染料固着剤	スミライトスブラ イエローBC	スミライトスブラ レッド4BL	スミライトスブラ ブルーFGL
—	4	5	5
参考例1	4	5	5
" 2	4	5	5
" 3	4	5	5
" 4	4	5	5
" 5	4	5	5
" 6	4	5	5
" 7	4	5	5
比較例	3	3	3~4

〔 結 果 〕

本発明に係る染料固着剤によれば、直接染料で染色した染色物の染色堅牢度に対し、次のような効果を得ることができる。

- 1) 洗濯堅牢度に関して、従来の直接染料用固着剤と同程度の改善効果を得ることができる。
- 2) 従来の固着剤では塩素堅牢度を低下させるのに対し、本発明の固着剤では逆に上昇する。
- 3) また従来の固着剤では耐光堅牢度を低下させるのに対し、本発明の固着剤では低下させることがない。

特許出願人 日東紡績株式会社  
代 理 人 飯 田 房 雄